

SEA JP04363385/PN  
L1 1 JP04363385/PN

FSE  
\*\*\*-ITERATION 1 \*\*\*

SET SMARTSELECT ON  
SET COMMAND COMPLETED

SET HIGHLIGHTING OFF  
SET COMMAND COMPLETED

SEL L1 1- PN,APPS  
L2 SEL L1 1- PN APPS : 7 TERMS

SEA L2  
L3 2 L2

\*\*\* ITERATION 2 \*\*\*

SEL L3 1- PN,APPS  
L2 SEL L1 1- PN APPS : 10 TERMS

SEA L2  
L3 2 L2

FSORT L3  
L4 2 FSO L3

1 Multi-record Family      Answers 1-2  
0 Individual Records  
0 Non-patent Records

SET SMARTSELECT OFF  
SET COMMAND COMPLETED

SET HIGHLIGHTING DEF  
SET COMMAND COMPLETED

=> D BIB ABS 1-  
YOU HAVE REQUESTED DATA FROM 2 ANSWERS - CONTINUE? Y/(N) :y

L4 ANSWER 1 OF 2 WPIDS (C) 2002 THOMSON DERWENT FAMILY 1  
AN 1999-329991 [28] WPIDS  
DNN N1999-247697 DNC C1999-097877  
TI Lapping powder composition - has water, alumina, boehmite, polyamine group  
chelate compound and%/or polyamino carboxylic acid group chelate compound  
DC E19 G04 L02 L03 U11  
PA (FUJI-N) FUJIMI INC KK  
CYC 1  
PI JP 11092749 A 19990406 (199928)\* 4p  
JP 3055060 B2 20000619 (200033) 4p  
ADT JP 11092749 A Div ex JP 1991-52750 19910318, JP 1998-212534 19910318; JP  
3055060 B2 Div ex JP 1991-52750 19910318, JP 1998-212534 19910318  
FDT JP 3055060 B2 Previous Publ. JP 11092749  
PRAI JP 1990-227580 19900829  
AN 1999-329991 [28] WPIDS  
AB JP 11092749 A UPAB: 19990802  
NOVELTY - The lapping powder composition comprises water, alumina and a  
chelate compound. The composition further includes boehmite or an  
aluminium salt, and the chelate includes disodium ethylene diamine

tetra-acetate. The aluminium salt includes aluminum sulphate.

USE - For precision polishing silicon and compound semiconductor substrate, magnetic memory hard disc and laser device.

ADVANTAGE - High abrasive speed without surface problems such as scratches, pits and cracks on polished surface can be achieved by the material.

Dwg.0/0

L4 ANSWER 2 OF 2 WPIDS (C) 2002 THOMSON DERWENT FAMILY 1  
AN 1993-039430 [05] WPIDS  
DNC C1993-017788  
TI Polishing material for precision polishing laser devices etc. - comprises water, alumina and a chelate cpd. e.g. di sodium ethylene di amine tetra-acetate.  
DC G02 L02 L03  
IN MORINAGA, H; OKAJIMA, T; OOTANI, K; YAMADA, T  
PA (MITU) MITSUBISHI KASEI CORP; (FUJI-N) FUJIMI INC  
CYC 2  
PI JP 04363385 A 19921216 (199305)\* 4p  
US 5366542 A 19941122 (199501) 4p  
JP 07081132 B2 19950830 (199539) 4p  
ADT JP 04363385 A JP 1991-52750 19910318; US 5366542 A Cont of US 1991-748809 19910822, US 1992-988360 19921207; JP 07081132 B2 JP 1991-52750 19910318  
FDT JP 07081132 B2 Based on JP 04363385  
PRAI JP 1990-227580 19900829; JP 1991-52750 19910318  
AN 1993-039430 [05] WPIDS  
AB JP 04363385 A UPAB: 19931119

Compsn. comprises water, alumina and a chelate cpd.

The comps. further comprises boehmite or an aluminium salt and the chelate includes disodium ethylene diamine tetra-acetate. The alumina includes aluminum sulphate.

USE/ADVANTAGE - High abrasive speed without surface problems such as scratch, orange peel, pit, and crack on polished surface can be achieved by the material. The material is used for precision polishing a silicon and cpd semiconductor substrate, magnetic memory hard disc and laser devices

Dwg.0/0

ABEQ US 5366542 A UPAB: 19950110  
Polishing comps. comprises (a) water, (b) 2-30 wt.% of alumina as abrasive particles and (c) polyaminocarboxylic acid or its Na- or K-salt as chelating agent.

Opt. comps. also contains boehmite in amt. 0.1-20 wt.%. Cpd. (c) is pref. EDTA or diethylenetriaminepentaacetic acid in amt. 0.01-20 wt.%. Opt. comps. also contains 0.01-20 wt.% of Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, AlCl<sub>3</sub>, AlBr<sub>3</sub> or aluminium hydrogen phosphate.

USE - For polishing a memory hard disk.

Dwg.0/0

=> FSE JP10310766/PN

SEA JP10310766/PN

L5 1 JP10310766/PN

FSE

\*\*\* ITERATION 1 \*\*\*

SET SMARTSELECT ON  
SET COMMAND COMPLETED

SET HIGHLIGHTING OFF  
SET COMMAND COMPLETED

(19) 日本特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-363385

(43) 公開日 平成4年(1992)12月16日

(51) IntCl.<sup>5</sup>  
C 0 9 K 3/14

識別記号 庁内整理番号  
X 6917-4H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3(全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平3-52750

(22) 出願日 平成3年(1991)3月18日

(31) 優先権主張番号 特願平2-227580

(32) 優先日 平2(1990)8月29日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005968

三菱化成株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 山田 勉

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号 三

菱化成株式会社内

(72) 発明者 岡島 泰三

北九州市八幡西区大字藤田2447番地の1

三菱化成株式会社黒崎工場内

(72) 発明者 大谷 孝次

北九州市八幡西区大字藤田2447番地の1

三菱化成株式会社黒崎工場内

(74) 代理人 弁理士 長谷川 一 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨剤組成物

(57) 【要約】

【構成】 水、アルミナ及びキレート性化合物を含有してなり、要すれば、更に、ペーナイトおよび／又はアルミニウム塩を含有してなる研磨剤組成物

【効果】 研磨速度が向上し、被研磨物の表面性能も優れている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水、アルミナ及びキレート性化合物を含有してなる研磨剤組成物

【請求項2】 水、アルミナ、キレート性化合物及びペーマイトを含有してなる研磨剤組成物

【請求項3】 水、アルミナ、キレート性化合物及びアルミニウム塩を含有してなる研磨剤組成物

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は研磨剤組成物に関するものである。詳しくは、研磨能率がよく、すぐれた研磨表面を形成することができる研磨剤組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、水とアルミナからなる研磨剤組成物は知られているが、研磨速度が十分でなく、研磨速度を上げる目的でアルミナの粒径を大きくすると、研磨表面に荒れが生ずるようになり、研磨速度と表面状態の両方を満足するものとは言えなかった。

【0003】研磨速度、表面状態の改良のため水とアルミナに種々の物質を添加することが提案されている。例えば特開昭54-89389号には水とアルミナに研磨促進剤として硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム等のアルミニウム塩を添加した合成樹脂用研磨剤が提案されている。一方、過去10年間に於いて、工業的規模の生産が飛躍的に増加したシリコン及び化合物半導体基盤、各種の磁気メモリーハードディスク、レーザー部品等の材料の精密研磨加工においては、特に加工面の平滑度、無欠陥性（スクラッチ、オレンジピール、ピット、ノジュール、クラック等の欠陥がない事）に対する要求水準が、過去の研磨加工技術水準に比して遙かに高度化すると共に、他方、生産、検査設備等に多額の投資が必要で、生産スピードの向上、不良欠陥ロスの低減に依るコストカットも重要な課題となっている。従って、これらの分野で使用される研磨剤に就いても加工精度及び研磨速度の向上に対する要望が極めて強いものとなっている。特開昭62-25187号はメモリーハードディスクの研磨の際も硝酸アルミが促進効果を奏することを教えている。更に硫酸ニッケル、硫酸アルミ等の無機酸あるいは有機酸の塩類、硫酸等のアンモニウム塩類、金属の亜硫酸塩等が、研磨速度、加工精度を向上させる添加物として報告されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は研磨速度が向上し、しかも表面状態の優れた研磨物が得られる研磨剤組成物の提供を目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、かかる目的を満足するよりすぐれた研磨剤組成物を得べく、鋭意研究を重ねた結果、水とアルミナからなる研磨剤組成

物にキレート性化合物を存在させるときは、加工物加工面の平滑度、或は表面欠陥（スクラッチ、オレンジピール等）発生防止等の研磨仕上がり効果を向上させ同時に研磨速度をも向上させることが出来ること、また、かかる組成物にある化合物を加えることによって更に効果を向上させ得ることを知得した。本発明の要旨は、水、アルミナ及びキレート性化合物を含有してなる研磨剤組成物に存する。更に、かかる研磨剤組成物にペーマイト或いはアルミニウム塩を配合した組成物に存する。以下、本発明を更に詳細に説明する。

【0006】本発明で使用するアルミナとしては、 $\gamma$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、 $\alpha$ -アルミナ等で特に限定されないが、研磨速度を考慮すると $\alpha$ -アルミナが望ましい。アルミナの含有量は、通常組成物全量に対して1~30重量%、好ましくは2~15重量%である。あまりに少ないと研磨速度が小さくなり、逆にあまりに多いと均一分散が保てなくなり、かつ、スラリー粘度が過大となって取扱いが困難となる。粒子径は加工精度及び研磨速度を考慮すると平均粒径で0.1~10 $\mu$ m、好ましくは0.1~3 $\mu$ mである。

【0007】本発明で使用するキレート性化合物は金属イオンとキレート化合物を形成する多座配位子をもつ化合物である。就中本発明においては、例えばエチレンジアミン、2,2'-ビピリジン、ジエチレントリアミン等のポリアミン系のキレート性化合物、例えばニトリロトリ酢酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、ジエチレントリアミンペンタ酢酸、或いはこれらのナトリウム塩、カリウム塩等のポリアミノカルボン酸系のキレート性化合物が好ましい。特にポリアミノカルボン酸系のキレート性化合物が好ましい。キレート性化合物の含有量は、組成物全量に対して0.01~20重量%、好ましくは0.1~10重量%であり、また、アルミナに対しては通常0.5~50重量%程度である。この量があまりに少ないと本発明の効果が期待出来なくなる。逆にあまりに多くても、添加効果が向上する事もなく経済的でない。本発明の研磨剤組成物が優れた研磨効果を有することの詳解は不明であるが、キレート性化合物の存在が研磨剤組成物中のアルミナの分散状態に何等かの影響を及ぼし、かかる分散状態が研磨加工に有利に作用するとと思われる。

【0008】また、本発明の研磨剤組成物にペーマイトを存在させると、更にすぐれた効果を得ることが出来る。ペーマイトは、 $Al(OH)_3$ 又は $Al(OH)_3 \cdot H_2O$ の化学式で表示されるアルミナ水和物の一種であり、ジブサイト等を250℃程度で加圧水熱処理するか、或はチーグラ法で合成されるアルミニウム有機化合物〔 $Al(OR)_3$ 〕（但し、Rはアルキル基である）の加水分解に依って製造する方法で一般的に生産されており、アルミナゾル、セラミックバインダー、微細製品カーベットの表面防汚処理、水の浄化処理、化粧品、軟こうの

増粘剤、アルミナ系触媒又は触媒担体の原料として広く利用されている工業材料である。粉体製品のペーマイトとしては、例えば、KAISER社（米国）、VISTA Chemical社（米国）、Condea Chemie社（ドイツ）等から市販されているものが挙げられている。本発明で水に分散されるペーマイトは粉体でもペーマイトゾルでも使用可能である。ペーマイトの含有量は組成物全量に対し0.1～20重量%、好ましくは0.5～10重量%であり、また、アルミナに対しては、通常1～50重量%程度である。ペーマイト含有量があまりに少ないと研磨速度向上の効果が期待出来ず、逆にあまりに多いと見掛け粘度、チキソトロピー性が増大し、アルミナの均一分散性を損なう事となると同時に研磨剤組成物の容器からの取り出しが困難となる等ハンドリング上不都合な物性となる。

【0009】さらに、本発明の研磨剤組成物に、アルミニウム塩を存在させると研磨速度がより向上するので好ましい。このアルミニウム塩としては、例えば、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、リン酸水素アルミニウム、臭化アルミニウム等が挙げられる。これらのアルミニウム塩は含水塩、無水塩のいずれを用いることもできる。あるいは反応により上記塩を形成し得るアルミニウム化合物と酸との組合せを使用することもできる。アルミニウム塩の量は通常、無水物として、組成物全量に対して0.01～20重量%、好ましくは0.1～10重量%であり、また、アルミナに対しては、通常0.5～50重量%程度である。この量が多すぎると、研磨速度向上の効果が期待出来ず、逆にあまりに多くても、添加効果が向上することもなく経済的でない。

【0010】本発明の研磨剤組成物の調製は、前記各成分と水を混合攪拌すればよく、混合順序等特に制限されるものではない。

【0011】又、この研磨剤組成物の調製に際しては、被加工物の種類、加工条件等の研磨加工上の必要条件に応じて、下記の如き各種の公知の添加剤を加えてもよい。

【0012】添加剤としては、例えば、エタノール、プロパノール、エチレングリコールの様な水溶性アルコール類、アルキルベンゼンスルホン酸ソーダ、ナフタリンスルホン酸のホルマリン縮合物の様な界面活性剤、硫酸、塩酸、硝酸、酢酸の様な酸類、リグニンスルホン酸塩、カルボキシメチルセルロース塩、ポリアクリル酸塩の様な有機ポリアニオン系物質、セルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースの様なセルロース類、硫酸アンモニウム、塩化アンモニウム、硝酸アンモニウム、硝酸マグネシウムの様な無機塩類等があげられる。

【0013】尚、本発明の研磨剤組成物のpHとしては、1～8、好ましくは2～7である。また、アルミニウム

塩を存在させる場合のpHは、アルミニウム塩の溶解性を考慮すると、1～8、好ましくは2～5が望ましい。

【0014】また、本発明の研磨剤組成物は、比較的高濃度の原液として調製し、実際の研磨加工時に希釈して使用することも可能である。前述の好ましい濃度範囲は、実際の研磨加工時のものとして記述した。

【0015】本発明の研磨剤組成物は、金属、ガラス、プラスチック等の研磨に使用されるが、欠陥のない研磨表面が得られることから、メモリーハードディスク等の研磨に特に好適である。

【0016】

【実施例】以下、実施例によって本発明を具体的に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り以下の実施例に限定されるものではない。

【0017】実施例1～6及び比較例1

【研磨剤組成物の調製】 $\alpha$ -アルミナ（平均粒子径1.5 $\mu$ m、最大粒子径10 $\mu$ m）を、高速ミキサーを用いて水に分散させて $\alpha$ -アルミナ濃度8重量%のスラリーを調製した。これにキレート性化合物及びペーマイトを第1表に記載の割合で添加混合させて研磨剤組成物を調製した。なお、ペーマイトとしてはCondea Chemie社製Dural（商標名）SCF（平均粒子径約20 $\mu$ ）を使用した。

【0018】（研磨試験）被加工物としてアルミニウム基板上にニッケル・リンの無電解メッキ（ニッケル90～92%、リン10～8%の合金メッキ層）を施した3.5インチメモリーハードディスク（外径約95mm）の基板を使用した。

【0019】研磨は、両面研磨機（定盤径 $\phi$ 640mm）を使用して行なった。研磨機の上下定盤にはエスドタイプの研磨パッド（第1レース（株）製、ドミテックス25-0）を貼りつけ、ディスク5枚を装填して3分間研磨した。研磨条件は加工圧力100g/cm<sup>2</sup>、下定盤回転数40rpm、研磨剤供給量100cc/分とした。研磨後、ディスクを洗浄、乾燥し重量減から平均研磨速度を求めた。また、目視検査に依り表面欠陥の有無程度を評価した。

【0020】この試験結果を表1に示す。

【0021】実施例7～11

【研磨剤組成物の調製】 $\alpha$ -アルミナ（平均粒子径1.5 $\mu$ m、最大粒子径10 $\mu$ m）を、高速ミキサーを用いて水に分散させて $\alpha$ -アルミナ濃度8重量%のスラリーを調製した。これにキレート性化合物及びアルミニウム塩を表2に記載の割合で添加混合して研磨剤組成物を調製した。

【0022】（研磨試験）実施例1に比べ、より硬質な研磨パッド（第一レース（株）製、ドミテックス25-6）を使用した以外は実施例1と同様にして研磨試験を行なった。

【0023】この結果を表2に示す。

(4)

特開平4-363385

5

6

【0024】

【表1】

	キレート性化合物		ペー マ イ ト 添 加 量 (重量%)	平均研 磨 速 度 ( $\mu\text{m}/\text{分}$ )	表面欠陥 (スク ラッチ)
	種 類	添加量 (重量%)			
実施例1	エチレンジ アミン	1.0	0	0.95	なし
実施例2	テトラ酢酸 ・2ナトリ ウム塩	5.0	0	0.98	なし
実施例3	エチレンジ アミン	1.0	3.0	0.90	なし
実施例4	ジエチレン トリ アミン	1.0	0	0.98	なし
実施例5	ペンタ アミン	5.0	0	0.40	なし
実施例6	ジエチレン トリ アミン	1.0	3.0	0.53	なし
比較例1	なし	0	0	0.29	多し

【0025】

【表2】

	キレート性化合物		アルミニウム塩		平均研 磨 速 度 ( $\mu\text{m}/\text{分}$ )	表面欠陥 (スク ラッチ)
	種 類	添加量 (重量%)	種 類	添加量 (重量%)		
実施例7	エチレンジ アミン ・テトラ酢酸 ・2ナトリウ ム塩	1.0	なし	0	0.91	なし
実施例8	エチレンジ アミン ・テトラ酢酸 ・2ナトリウ ム塩	1.0	硝酸アルミ ニウム	1.0	0.92	なし
実施例9				3.0	1.05	なし
実施例10			塩化アルミ ニウム	3.0	0.95	なし
実施例11	ジエチレン トリ アミン	1.0	硝酸アルミ ニウム	3.0	1.25	なし

【0026】

【発明の効果】本発明に従いアルミナー水分散系にキレート性化合物を添加した研磨剤組成物は、研磨加工面に

表面欠陥を発生する事なく、より高い研磨速度を實現し、研磨加工能率を高めることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 坂本 均

北九州市八幡西区大字藤田2447番地の1  
三菱化成株式会社黒崎工場内